

DERWENT- 1992-337780

ACC-NO:

DERWENT- 200054

WEEK:

COPYRIGHT 2006 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Improved extn. method - by treating liq. solvent contg.
extractant and solid sample with high pressure to thicken
extract density

PRIORITY-DATA: 1991JP-0026646 (January 29, 1991)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
JP 04244203	A September 1, 1992	N/A	005	B01D 011/02
JP 3098553	B2 October 16, 2000	N/A	005	B01D 011/02

INT-CL A23F003/16, A23F005/24 , A23L001/01 , B01D011/00 ,
(IPC): B01D011/02

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 04244203A

BASIC-ABSTRACT:

Liq. solvent contg. extractant and solid sample are treated with high pressure over 100 MPa before or at the same time of extn. to thicken extract density.

USE/ADVANTAGE - Extn. rate is increased.

In an example, 25g of rice bran treated with amilase is dispersed in 100g of 0.2% Ca(OH)₂ soln., treated with high pressure (800MPa) for 60 mins. using CIP and agitated to extract component.

Basic Abstract Text - ABTX (1):

Liq. solvent contg. extractant and solid sample are treated with high pressure over 100 MPa before or at the same time of extn. to thicken extract density.

Title - TIX (1):

Improved extn. method - by treating liq. solvent contg. extractant and solid sample with high pressure to thicken extract density

Standard Title Terms - TTX (1):

IMPROVE EXTRACT METHOD TREAT LIQUID SOLVENT CONTAIN EXTRACT SOLID SAMPLE HIGH PRESSURE THICKEN EXTRACT DENSITY

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平4-244203

(43) 公開日 平成4年(1992)9月1日

(51) Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
B 0 1 D 11/02	A	6525-4D		
A 2 3 F 3/16		6844-4B		
5/24		6844-4B		
A 2 3 L 1/01	Z	6977-4B		
B 0 1 D 11/00		6525-4D		

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平3-26646

(22) 出願日 平成3年(1991)1月29日

(71) 出願人 000006699

雪印乳業株式会社

北海道札幌市東区苗穂町6丁目1番1号

(72) 発明者 菅江 誠一郎

埼玉県狭山市新狭山2丁目8番地9の406

(72) 発明者 小田 泰士

埼玉県川越市新宿町5丁目11番3号

(72) 発明者 巽 清

埼玉県人間市大字野田982番地2

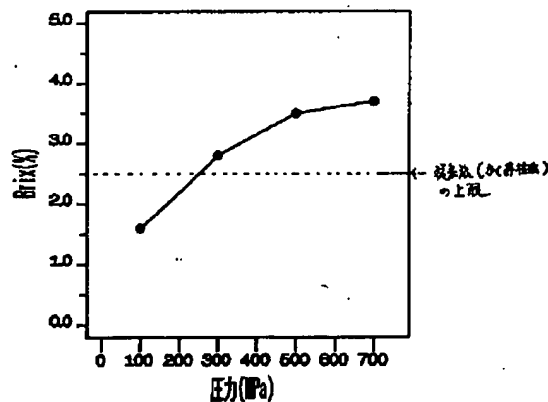
(74) 代理人 弁理士 若林 忠

(54) 【発明の名称】 抽出改良法

(57) 【要約】

【構成】 固体抽料から抽質を液体溶媒を用いて抽出する前に300 MPa以上の高圧をかける。

【効果】 抽出濃度及び抽出速度が向上し、抽出の効率化を図ることができる。



1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 抽出剤を含有する液体溶剤と固体抽料から成る系を抽出処理に付する前にあるいは同時に高圧処理を施すことにより、抽出液中の抽質濃度を向上させることを特徴とする抽出改良法。

【請求項2】 高圧処理の圧力が100MPa以上である請求項1に記載の抽出改良法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、固体中に存在する目的成分を液体溶剤中に抽出させる方法において、その効率を向上させる方法に関する。本技術は食品分野、医薬品分野、さらに化学工業分野における抽出操作に適用できるものである。

【0002】

【従来の技術】 従来より有用成分の抽出回収操作および不用成分の抽出除去操作はいろいろな技術分野で実施されており、重要な技術の一つである。ここに抽出とは液体または固体中に存在する目的成分を液体溶媒中に溶かし出し分離する操作をいい、原料が液体である液液抽出と、原料が固体である固液抽出がある。

【0003】 日常的に行われる固液抽出には例えばお茶やコーヒーが挙げられるが、産業的にも固液抽出は広く使われている。しかし、固体内の物質移動等、系が複雑なため抽出速度等を理論的に定量化するのは困難で、抽出装置においても経験に基づいて設計されているのが実情である。

【0004】 代表的な抽出手段を挙げれば、回分式では向流多段抽出や攪拌抽出等、連続式ではコンベア式によるもの等である。いずれも抽質、不溶性固体、溶剤の3成分系の操作としてコントロールすることが可能で、溶剂量、温度、抽料（抽質と不溶性固体）の性状等を調整し、目的の抽出濃度を達成する。

【0005】 抽出速度や抽出濃度を向上させる一つ的手段としては抽料の前処理が挙げられる。例えば、抽料を細く砕くにより溶剤の固体内拡散速度を上げる等である。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、抽料の破碎等が有効でない場合がある。例えば、動植物体のように抽質が細胞膜内に存在している場合、細粉は、細胞膜を破壊する程度まで行わなければあまり効果がないが、その程度まで細粉されると抽出液中に種々の多糖類、蛋白質、アミノ酸等の有機物、金属塩類等の無機物が混在し、系全体が微細な懸濁性を帯び特定成分の分離回収が極めて困難となることが少なくない。又、植物細胞にある細胞壁等からの多糖類を抽出する場合も、細胞壁が破碎されるまで微細化すれば細胞はほとんど破壊されるので目的成分の分離回収は困難である。

【0007】 従って、目的とする抽質によっては抽料の

2

微細化には一定の制限があり、抽出速度や抽出濃度には限界があった。

【0008】 本発明は、上述従来技術の問題点に鑑み、必要以上に抽料の粉碎を行わずに、抽出速度及び抽出濃度を向上させる方法を提供するものである。

【0009】

【課題を解決するための手段】 本発明は、抽出剤を含有する液体溶剤と固体抽料から成る系を抽出処理に付する前にあるいは同時に高圧処理を施すことにより、抽出液中の抽質濃度を向上させることを特徴とする抽出改良方法である。

【0010】 本発明によれば、抽出効率の向上及び抽出時間の短縮を容易に達成することができる。

【0011】 以下、本発明を詳述する。

【0012】 本発明において対象となるのは「抽出剤を含有する液体溶剤と固体抽料から成る系」である。ここに固体抽料とは目的とする抽質を含有する原料であって、抽質は不溶性固体に取り込まれて分布している。分布の態様としては抽料中に平均に分布しているもの、抽料中に点々とかたまりになって存在するもの、動植物体のように細胞膜内に存在するもの等である。この中で一般に抽出が困難であるのは細胞膜内の抽質である。これは細胞膜が抽出を妨げるからである。特に、植物細胞では細胞壁があるので尚更である。又、動植物体で極在する成分の抽出においても細胞自体極めて複雑な組織から成るため効率的抽出は容易ではない。従って、以下、動植物体を抽料とする態様において主に説明する。但し、本発明はこれに限定されるものではない。

【0013】 固体抽料としては、制限なく用いることができる。例えば、各種多糖類、ビタミン、灰分、その他微量栄養素、生理活性物質等に富む植物性食品である穀類、豆類、野菜類、果実類および海藻類等を挙げ得る。更に、各種アミノ酸、ポリペプチド等に富む動物性食品である肉類、魚貝類、乳類および卵類等を挙げ得る。これら原料はそのままの形態で抽料とし得るが、抽出効率の点から、あらかじめ不用成分を排除しておくこと及びある程度細片化しておく等の前処理を実施しておくことが望ましい。これらの前処理は公知技術に基づき実施し得る。

【0014】 又、上述原料の精製、2次加工過程で得られる副産物は抽料として好適である。副産物中には一般に何らかの成分がすでに高濃度化されて存在しているからである。例えば、米ヌカ、各種胚芽、ふすま、柑橘類の皮、甲殻類の殻、シイタケの培地、麦わら、トウモロコシ外皮等を挙げ得る。これら副産物も前述前処理を施しておくことが望ましい。例えば、脱デンプン、脱脂肪等、比較的容易に実施し得るものである。脱塩等の処理は抽料の抽出液を得た後に行う方が効率上好ましい。

【0015】 固体抽料の形態は、特に制限はない。細片状、ブロック状、粉状等である。又、それらを含有する

ペースト、懸濁液、乳化物、スラリー等も、固体抽料を含んでいる点で原料として用いる。固体抽料を分散する分散媒は抽出処理に悪影響を与えない限りにおいて問題とならない。抽出効率の観点からすれば固体抽料の大きさは一般に小さい方がよい。但し、各細胞をすべて粉碎するまでの細粉化は要しない。後工程における特定成分の分離、回収が煩雑となるからである。特に、本発明においては、従来法に基づいて抽出処理を実施しても高濃度の抽出液が得られるため、必要以上に細粉化する必要はない。米ヌカや胚芽等の植物体においては、500

～2000 μ 程度の大きさが一般的である。但し、目的とする抽質（分布状態が異なるため）により適正粒度は異なるので、適宜調整すればよい。
【0016】次に、液体溶剤は、抽質に応じて適宜選定され得る。即ち、抽質を溶解し、かつ抽料の不溶性固体（担体）を可溶化しないものである。ここに、不溶性固体とは、抽質の担体として機能するものであるが、抽料自体は、目的とする抽質以外に溶剤中へ溶解する成分を有していてもよい。通常は、抽料は複雑な組織で構成され

ており、特定成分のみを選択的に抽出することは困難だからである。
【0017】液体溶剤の例としては、水溶性成分の抽出であれば水、水とアルコールの混合液等、油性成分の抽出であれば、極性によりヘキサン、アセトン、エチルアルコール、イソプロピルアルコール等を挙げ得る。

【0018】本発明においては上述液体溶剤は抽出剤を含有する。ここに抽出剤は、抽質の溶剤への抽出を促進する機能を有するものである。水溶性成分の抽出にあっては、多くの場合、溶剤のpHによって抽出速度、抽出濃度が影響を受ける。従って、目的の抽質に応じて抽出剤として適当なpH調整剤を用いる。又、タンパク質等は溶液中のイオン強度により溶解性が大きく異なるため、食塩、弱酸と強塩基の塩等のイオン強度調整剤も用いる。更に、界面活性剤等も必要により適宜用いることができる。

【0019】これらの抽出剤としては、pH調整剤としてCa(OH)₂、NaOH、Na₂CO₃等、イオン強度調整剤として食塩、重炭酸ソーダとピロリン酸ソーダの混合塩、リン酸二水素カリウムとリン酸水素ナトリウムの混合塩等を例示し得る。これらは単独で又は2種以上混合して用い得る。

【0020】本発明においては抽出剤の存在が必要である。これは後述する高圧処理による作用効果に関連する。即ち、高圧処理により向上する抽出効率は、細胞壁等の破壊の促進によるものではなく、抽出剤の細胞組織への浸透が高まることによるためである。従って、抽出剤を含有しない溶剤を用いても抽出の効率化はそれほど向上しない。この点で、通常の抽出効率化の手段が抽料の細粉化というように組織の破壊を目的とするのと対照をなす。従って、本発明においては、抽出剤が抽料中に

細胞壁等の抵抗があるにもかかわらず、抽料中へ効率的に浸透するため、抽出の効率化を図ることができる。高圧処理については後述する。

【0021】本発明において「抽出処理」とは、通常実施される抽出処理ばかりでなく、抽質を溶剤を用いて溶出させるメカニズムを併う処理全般をいう。従って、例えば魚肉の水さらし工程等も包含される。回分式、連続式等の方式、用いる装置等を問わない。

【0022】「抽出処理に付する前にあるいは同時に高圧処理を施す」とは、抽出処理と高圧処理を個々別々にこの順で実施しても、又それらを別々の操作でなく一体として実施してもよいことをいう。但し、同時に施すとは、処理操作として同時期を意味し、物理的に完全に同一に行うことを要せず、同一装置で実施するに限らず、別々の装置を時間的に同時期に用いて実施することも含む。

【0023】「高圧処理」とは、所定の圧力を被処理物に付与することを主目的とする処理をいうが、圧力の大きさは抽料、溶剤の種類、目的とする抽質により異なるので、事前の試験により設定しておく。高圧処理の圧力条件は通常抽出効率に対して臨界条件の意義があるので、目的に応じて適正範囲を容易に設定できる。高圧処理の対象となるのは溶剤と抽料から成る系である。

【0024】抽料が細胞壁を含むもの、例えば植物体からヘミセルロース、ペクチン、カラギーナン等の水溶性繊維やその他の水溶性物質の抽出を目的とするものでは、通常100MPa以上の圧力が好ましい。更に好ましくは300MPa以上である。

【0025】100MPaより小さい圧力では細胞壁の抵抗を越えて抽出剤を内部へ浸透させる効果が充分でない。一方、圧力の上限は効果の点からは明確に定めることを要しないが、装置の構造等を考慮すれば1000MPa以上の圧力とすることにあまり実用性はない。上記圧力は、主に静水圧をいうが、剪断力、研磨力等、その他の物理的作用がともなってもよい。即ち、抽料のある程度の粉碎化を高圧処理時に実施してもよい。

【0026】高圧処理時間は圧力と同様、抽質等により適宜設定されるものであるが、概ね10～30分間程度が好ましい。ここで処理時間とは所定の圧力に達した後、その圧力が維持される時間をいう。時間が短ければ効果が充分でなく、又長すぎても効果の向上は認められない。高圧処理を行う具体的手段としては高圧が達成できるものであればその形状、方式も問わないが、例えば、冷間等圧加圧装置などによって行い得る。この場合は、被処理物を耐圧容器等に収納して処理すればよい。

【0027】高圧処理時の被処理物温度は、一般に高い方が好ましい。但し、抽質、抽料が変性を受ける程の高温は適さない。通常40～60℃程度でよいが、抽料により調整する。

【0028】次に、高圧処理時の溶剤と抽料の量比は抽出処理時のそれと同一であることを要しない。抽出処理は経験上必要と認められる量の溶剤を用いればよいが、高圧処理では抽質を溶剤中へ抽出させるのが目的ではないため量比は同一でなくてよいからである。従って、高圧処理においては、主に溶剤中の抽出剤濃度が問題となり、溶剤量は抽質を溶かしだす程は必要としない。

【0029】抽出剤により、高圧処理で溶剤中の濃度が増加するものがある。まず、高圧下で溶解性が変化するもの、例えばクエン酸カルシウム等難溶性塩には高圧下で可溶化するものがあるので、高濃度の溶剤となし得る。又、抽料との関係で抽出剤の効果が低減するものがある。例えばCa(OH)₂で希アルカリとした水溶液で植物体を抽出する場合、高圧下で溶液pHが中性付近に移行するので、Ca(OH)₂の効果が減殺される。この場合は、より高い濃度としておく必要がある。

【0030】以上説明したように高圧処理を抽出処理の前に実施しておくことで、高圧処理をしないものに比べ、得られる抽出液中の抽質濃度を向上させることができる。抽出濃度を向上させるとは、抽出速度が増大すること及び速度だけでなく抽出濃度の上限をも高めることを意味する。即ち、従来法では一定時間内に抽出できる抽質量には上限があったが、本発明によれば、これをより短時間で、かつより高濃度で抽質の抽出が可能となる。又、抽出された抽質には成分上の損失は通常全く認められず、従来法のものとは相違はない。

* 【0031】

【実施例】以下、実施例により本発明をさらに説明する。

実施例1

脱脂米ヌカ（水分10%、蛋白質18%、脂肪2%、灰分12%、粒度0.59mm程度）15gを熱安定アミラーゼ（ターマミル120L、ノボ・インダストリー）により脱デンプンを施し、洗浄後、残渣を回収して脱デンプン米ヌカ25g（水分72.7%）を得、これを抽料とし、アラビノキシランを以下の要領で抽出した。

【0032】脱デンプン米ヌカ25gを表1に示す溶剤100gに懸濁し耐圧容器に収納し冷間等方圧加圧装置（三菱重工業製、MCT-1000）にかけ、800MPaで60分間（50℃）高圧処理を施した。このものを室温にて30分間攪拌し抽出処理後、塩酸（2N）2～40mlを添加し溶剤を中和した。中和液を遠心分離（3000rpm、20分間）し、上澄液を回収し抽出液120gを得た。

【0033】得られた抽出液のアラビノキシラン濃度はブリックス度と相関が高いことが判っているので、便宜上抽出液のブリックス度を測定し、これをアラビノキシランの指標とした。ブリックス度1%はアラビノキシラン0.9%に相当する。測定結果を表1に示す。表1には高圧処理を施さない比較例も示してある。

* 【0034】

【表1】

溶 剤		処理後の pH	抽出液中Brix
水	未処理	—	0.4%
	高圧処理	—	0.9%
0.1% Ca(OH) ₂	未処理	9.2	0.4%
	高圧処理	6.7	0.5%
0.2% Ca(OH) ₂	未処理	9.8	0.6%
	高圧処理	8.2	0.7%
2.0% Ca(OH) ₂ (過飽和溶液)	未処理	12.6	2.0%
	高圧処理	12.9	4.2%

表1からわかるように米ヌカヘミセルロース（アラビノキシラン）は、溶媒が水の場合、高圧処理してもあまり抽出されないことが認められた。また、希アルカリでは、高圧処理によりpHが中性側に移行するため抽出効率は向上しなかった。しかし、pHの低下を補足できる程の過飽和濃度では、高圧処理により抽出効率が著しく向上することが認められた。したがって、高圧処理は、細胞壁の破壊を促進して抽出効率を高めるのではなく、抽出剤の細胞組織への浸透を高める効果があると考えら

れた。

実施例2

実施例1と同じ脱デンプン米ヌカ30gを2%水酸化カルシウム水溶液90g中に懸濁し、実施例1と同じ要領で、100～700MPaの圧力を60分間（50℃）保持し、室温にて30分間攪拌し、酢酸で中和した後、遠心分離（3000rpm、10分間）し抽出液を得た。

【0035】このもののブリックス度を測定し、図1の結果を得た。本図から判るように圧力300MPa以上

7

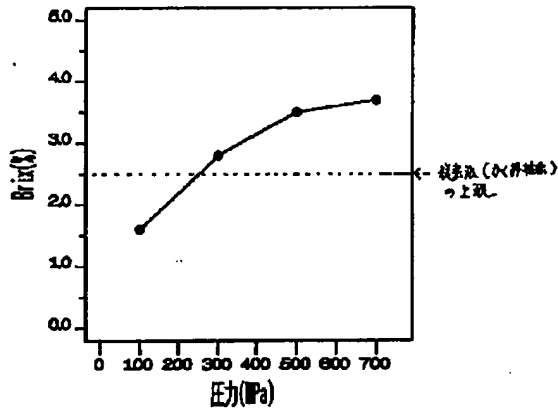
(60分間)においては、従来法(2~4時間攪拌抽出)で得られる上限ブリックス度2.5%以上の高い濃度の抽出液が得られ、高圧処理は、抽出濃度の向上に極めて有効であることが認められた。

実施例3

実施例2と同じ要領で700MPaを5~60分間(50℃)保持し、抽出液を得た。この結果を図2に示す。本図から明らかなように僅か5分間の加圧保持時間で従来法(2~4時間抽出)の上限2.5%をしのぐ抽出濃度を得、高圧処理は抽出速度および抽出濃度の向上に極めて

【0036】

【図1】



8

【発明の効果】以上説明したように、固液抽出工程において抽出処理前に高圧処理することにより、抽出液中の抽質濃度及び抽出速度を増加させることができる。特に動植物体を抽料とする抽出においてはその効果が大きい。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の実施例2において実施した米ヌカヘミセルロースの抽出効率に及ぼす高圧処理の効果を示すグラフである。

10 【図2】本発明の実施例3において実施した米ヌカヘミセルロースの高圧抽出における加圧保持時間の影響を示すグラフである。

【図2】

